

Techniques de caractérisation des matières organiques exogènes

Dynamique de transformation des apports organiques

origine tropicale & cas des fertilisants organiques



Rappel: méthodologie et démarche

- décomposabilité des apports '*a priori*' : **indicateurs**
Méthodes et outils
 - par fractionnement biochimique: AFNOR XP U44-162
 - par incubation (potentiel de minéralisation): AFNOR XP U44-163
 - des outils à tester (ex. spectrométrie?)
- utilisation de **modèles** de dynamique des MOA

utilisations : gestion *a priori* des apports organiques (nature, forme),
choix des matériaux & procédés de transformation

destination : devenir des résidus végétaux, déchets organiques &
sous-produits agricoles



← *fertilisants
organiques
industriels*

*composts locaux
en maraîchage
péri-urbain →*



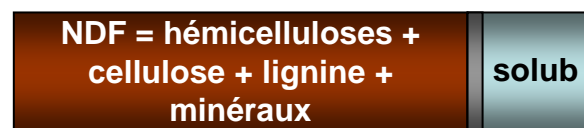
Apport organique brut



- Fractionnement biochimique :
méthode de Van Soest **séquentielle** modifiée



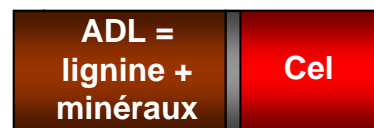
Echantillon séché (40°C)



Extraction au détergent neutre (100°C, 1 heure)
lipides, sucres simples, tanins, protéines, quelques minéraux



Extraction au détergent acide (100°C, 1 heure)
hémicelluloses, quelques minéraux



Extraction acide sulfurique 72% (20°C, 3 heures)
cellulose, quelques minéraux



Calcination finale (550°C, 6 heures)
lignine



Formation MO L. Thuriès 2009

AFNOR (2004) 'Norme expérimentale **XP U44-162** ; Amendements organiques et supports de culture ; Fractionnement biochimique et estimation de la stabilité biologique ; méthode de caractérisation de la matière organique par solubilisations successives'. *Afnor*, Saint Denis la Plaine, 15p.



- Incubation en conditions contrôlées (potentiel de minéralisation)



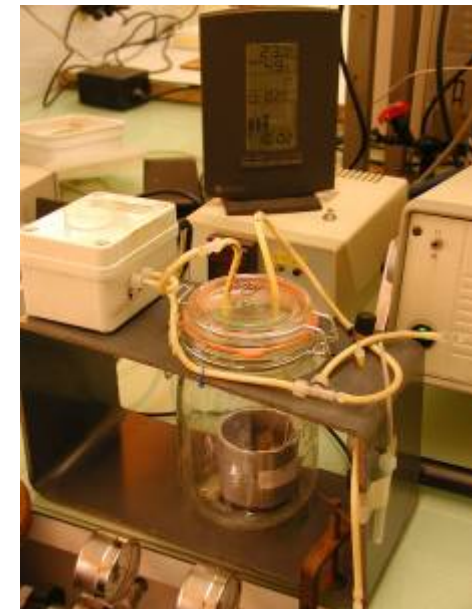
Incubation (stock étuve 28°C)

dosage CO_2 (CPG)

+ extraction NH_4^+ et NO_3^- de la solution du sol (dosage colorimètre)

Nouveau en 2006: piégeage NH_3 (dosage colorimètre)

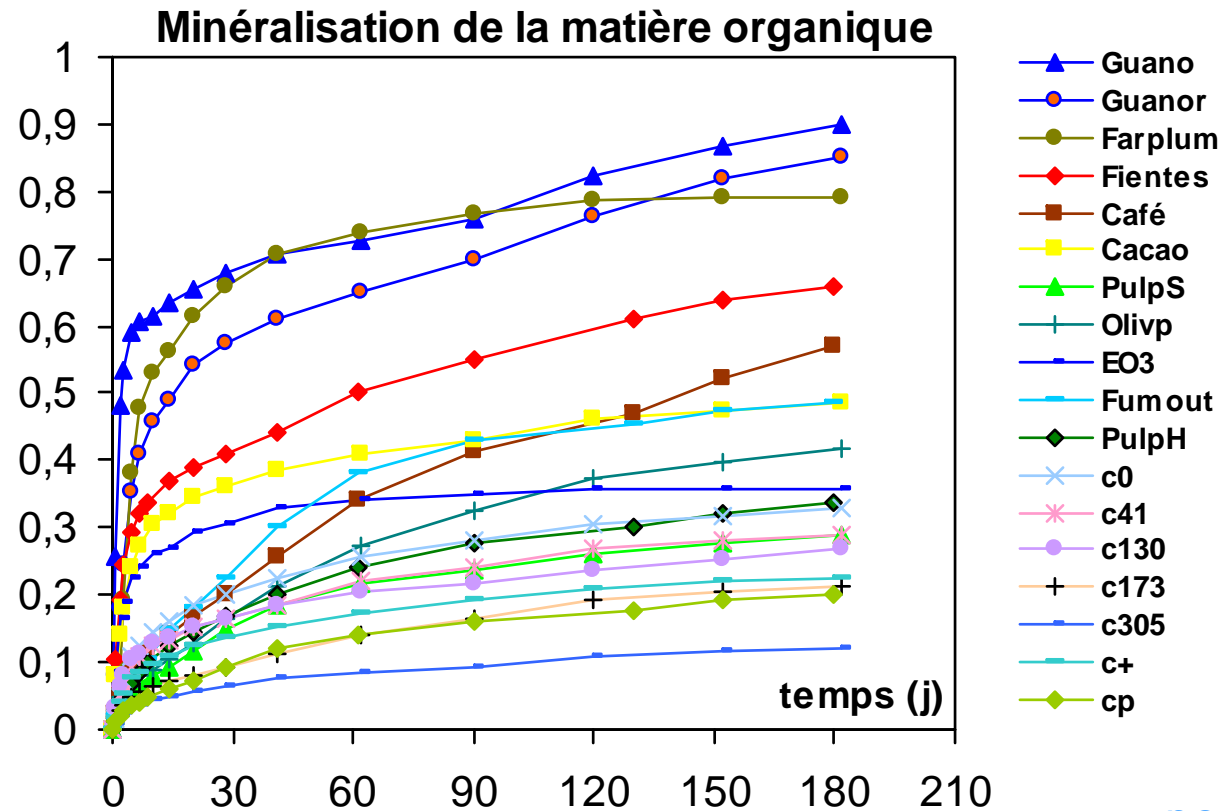
+ dosage N_2O (CPG)



AFNOR (2004) 'Norme expérimentale [XP U44-163](#) ; Amendements organiques et supports de culture ; Détermination du potentiel de minéralisation du carbone et de l'azote. Méthode d'incubation en conditions contrôlées.' Afnor, Saint Denis la Plaine, 21p.



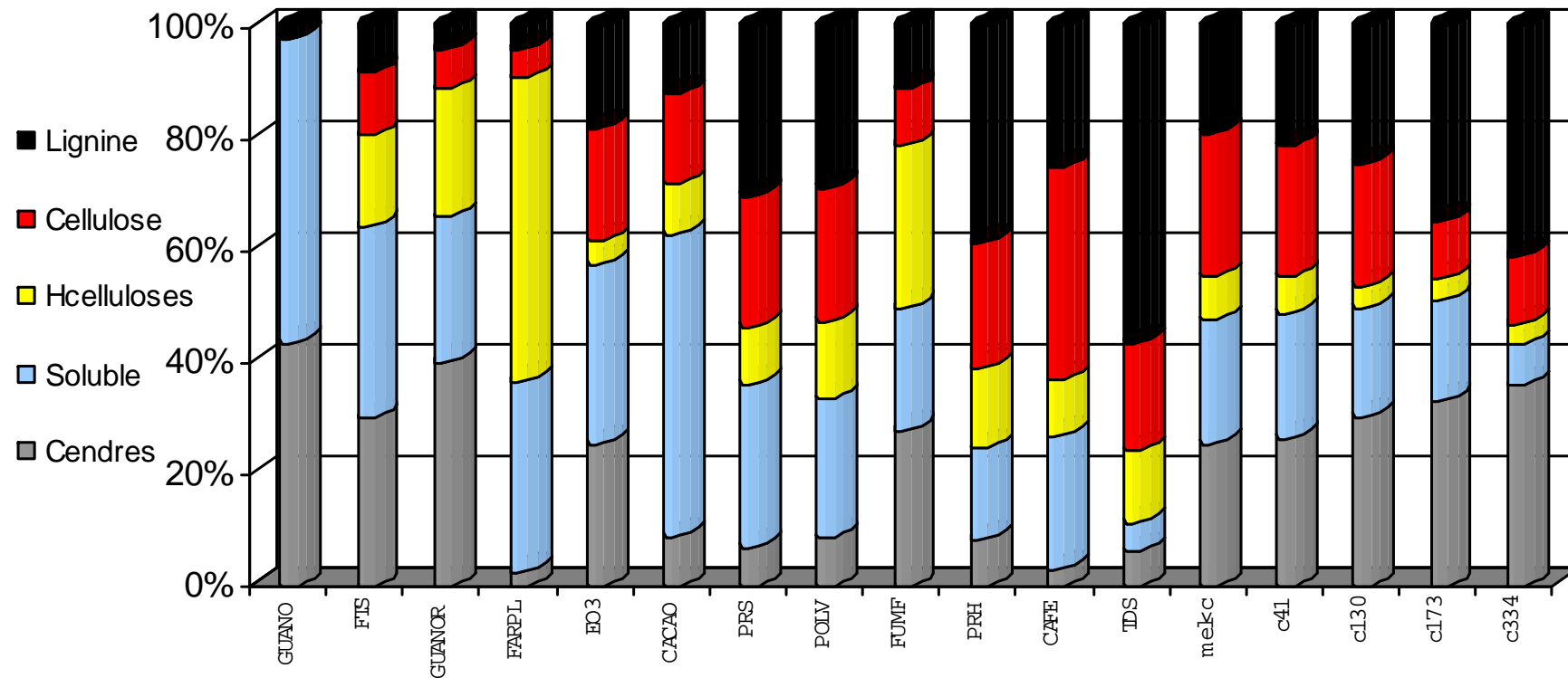
- Incubation en conditions contrôlées



- potentiels de minéralisation
- diversité des dynamiques



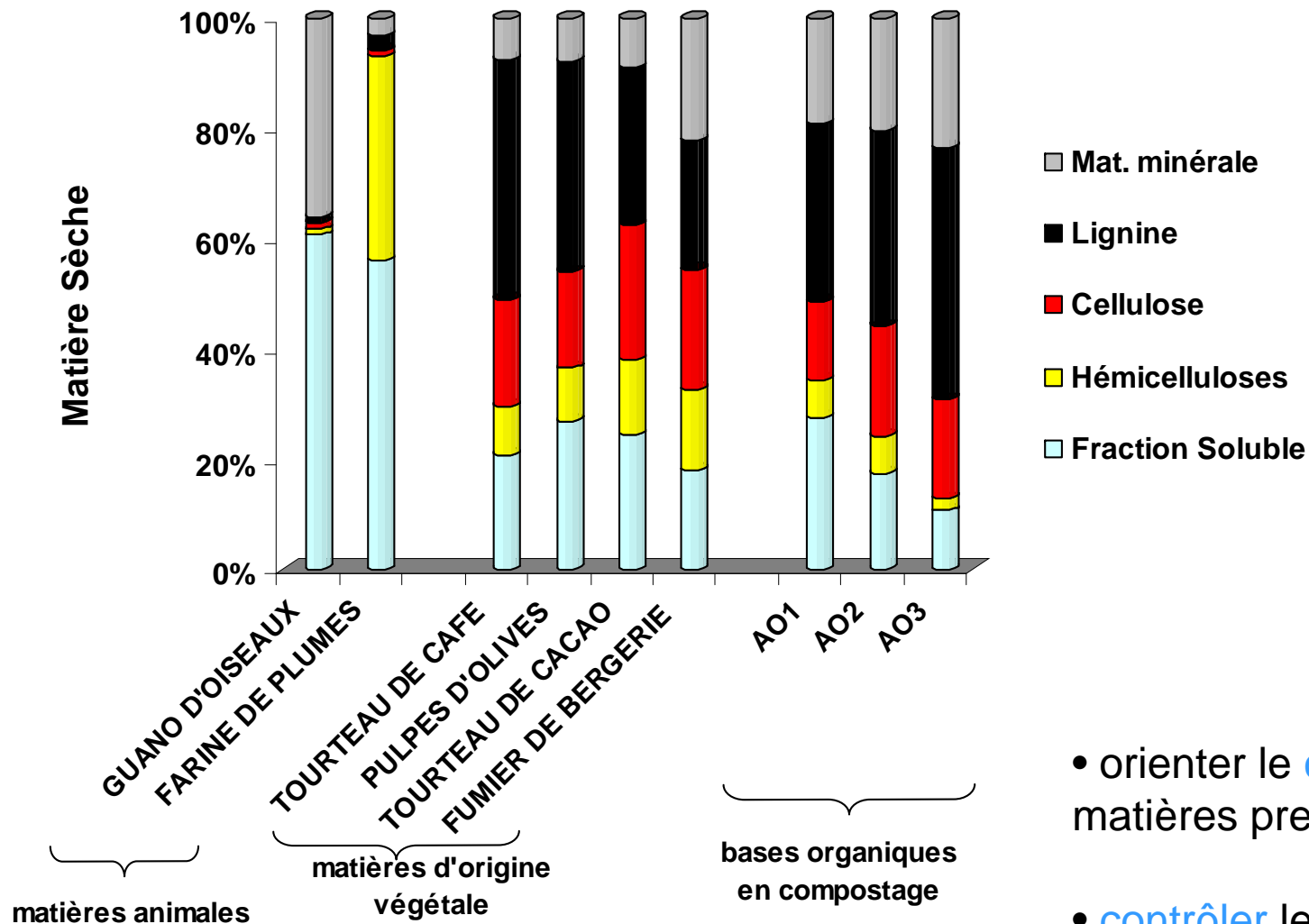
- Fractionnement biochimique



- diversité des profils



- Fractionnement biochimique:
utilité en **production**



- orienter le **choix** des matières premières

- contrôler** le processus de compostage



- Fractionnement biochimique:
utilité en **production**



Laboratoires associés IRD - CIRAD et Phalippou-Frayssinet

SÉLECTION DES MATIÈRES PREMIÈRES VÉGÉTALES

Caractéristiques analytiques des tourteaux végétaux

COMPARAISON

- ▲ Tourteau de cacao
- ▼ Tourteau de café
- ✕ Tourteau de pulpes d'olive
- Tourteau de pulpes de raisin
- Tourteau de soja

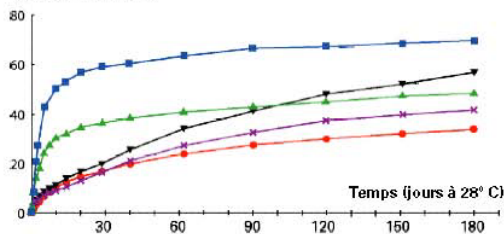
MODE EXPÉRIMENTAL (Norme AFNOR XPU 44-163)

- Incubation contrôlée en enceintes closes
- Température : 28°C
- Humidité (75% de la capacité au champ)
- Oxygénation (conditions aérobies)
- Sol : sablo-limoneux
- Dose : 2 t/ha

GRAPHIQUES

Cinétique de biodégradation de la Matière Organique des tourteaux végétaux

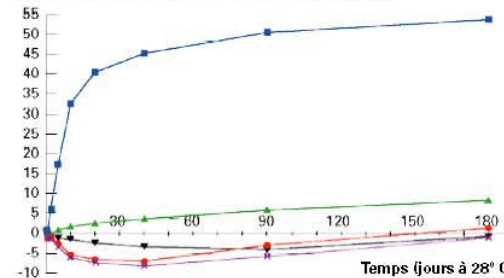
% de la MO initiale



GRAPHIQUES

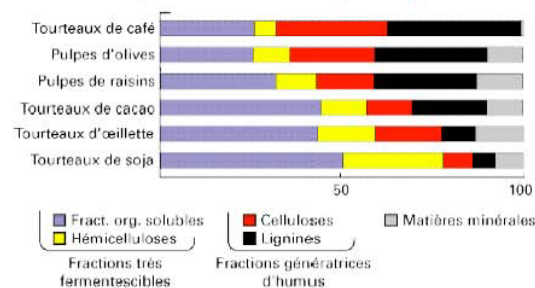
Cinétiques de minéralisation de l'azote organique initial apporté

N minéralisé (NO₃ libéré) en % de N initial apporté



Profil biochimiques des tourteaux végétaux

Base de calcul du potentiel humus (ISB-CBM) en pourcentage de la matière sèche



OBSERVATIONS AGRONOMIQUES

Sous l'appellation générique "tourteaux végétaux", il apparaît des matières premières végétales aux caractéristiques différentes. Par exemple, les tourteaux de café ont une vitesse de biotransformation deux fois plus importante que les pulpes de raisin. Seuls les tourteaux de soja et de cacao peuvent être épandus bruts sans risque de faim d'azote, les autres doivent être compostés.

A partir des profils biochimiques, nous pouvons distinguer les tourteaux végétaux à fort potentiel humus et ceux qui se dégradent rapidement en libérant l'azote (tourteau de soja,...). Nous basons la sélection des tourteaux végétaux sur leurs propriétés spécifiques. Nos formulations et procédés de fabrication sont adaptés aux caractéristiques particulières de ces différentes matières premières végétales.

- orienter le **choix** des
matières premières



- Fractionnement biochimique:
utilité en **production**



Laboratoires associés IRD - CIRAD et Phalippou-Frayssinet

COMPOSTAGE ACTIF CONTRÔLÉ ET HUMIFICATION

Intérêt du compostage sur la stabilisation et l'humification des amendements organiques

COMPARAISON

Végéthumus aux différents stades du Compostage Actif Contrôlé (CAC), tourteaux végétaux (café), fumiers de berges et bourres de laine

- Végéthumus 1 (0 jour CAC)
- Végéthumus 2 (2 mois CAC)
- Végéthumus 3 (commercialisé > 4 mois CAC)

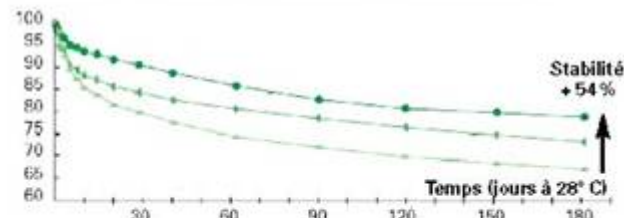
MODE EXPÉRIMENTAL (Norme AFNOR XPU 44-163)

- Incubation contrôlée en enceintes closes
- Température : 28° C
- Humidité (75% de la capacité au champ)
- Oxygénation (conditions aérobies)
- Sol : sablo-limoneux
- Dose : 2 t/ha
- Analyses biochimiques selon norme AFNOR XPU 44-162 (bases calculs ISB-CBM)

GRAPHIQUES

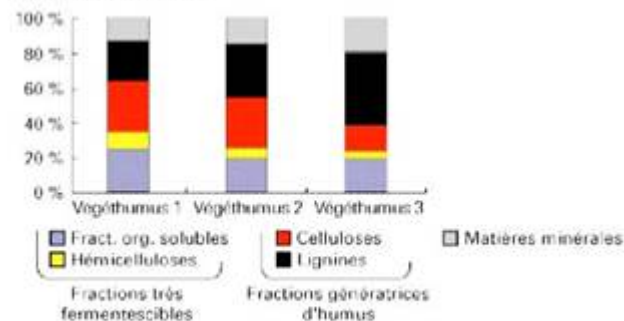
Cinétiques de biodégradation de la matière organique

% de la matière organique initiale apportée (ou % du carbone)



Teneurs en lignine et cellulose : bases des indicateurs de potentiel humique ISB et CBM

% de la matière sèche



- contrôler** le processus de compostage



- Fractionnement biochimique:
utilité en **production**



Laboratoires associés IRD - CIRAD et Phalippou-Frayssinet

COMPOSTAGE ACTIF CONTRÔLÉ ET AZOTE

*Intérêt du compostage
sur la stabilisation
et la disponibilité de l'azote
des amendements organiques*

COMPARAISON

- ▼ Fumier de bovin non composté
- Tourteau végétal non composté (pulpes de raisin)
- Végéhumus aux différents stades du compostage (tourteaux végétaux de café, fumiers de bergeries et bourres de laine)
- ▲ Végéhumus début compostage
- Végéhumus composté 1 mois
- Végéhumus poudre stade final

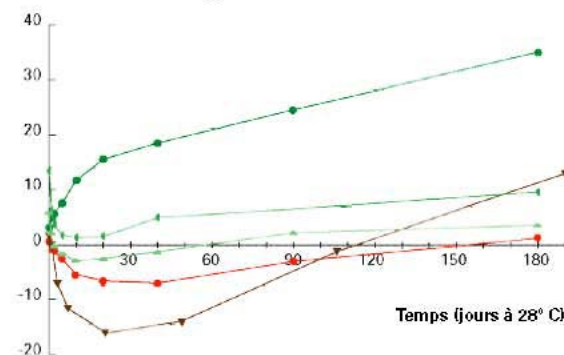
MODE EXPÉRIMENTAL (Norme AFNOR XPU 44-163)

- Incubation contrôlée en enceintes closes
- Température : 28° C
- Humidité (75% de la capacité au champ)
- Oxygénation (conditions aérobies)
- Sol : sablo-limoneux
- Dose : 2 tonnes/hectare

GRAPHIQUE

Cinétiques de transformation de l'azote organique en azote disponible (forme nitrique).

N minéralisé (forme nitrique)
en % de l'azote initial apporté



- contrôler** le processus de compostage

OBSERVATIONS AGRONOMIQUES

L'apport au sol de matières organiques (tourteaux végétaux, fumiers bruts, ...) non ou peu compostés entraîne une "fermentation incontrôlée" qui se traduit par une immobilisation de l'azote du sol (N déjà présent + N apporté).

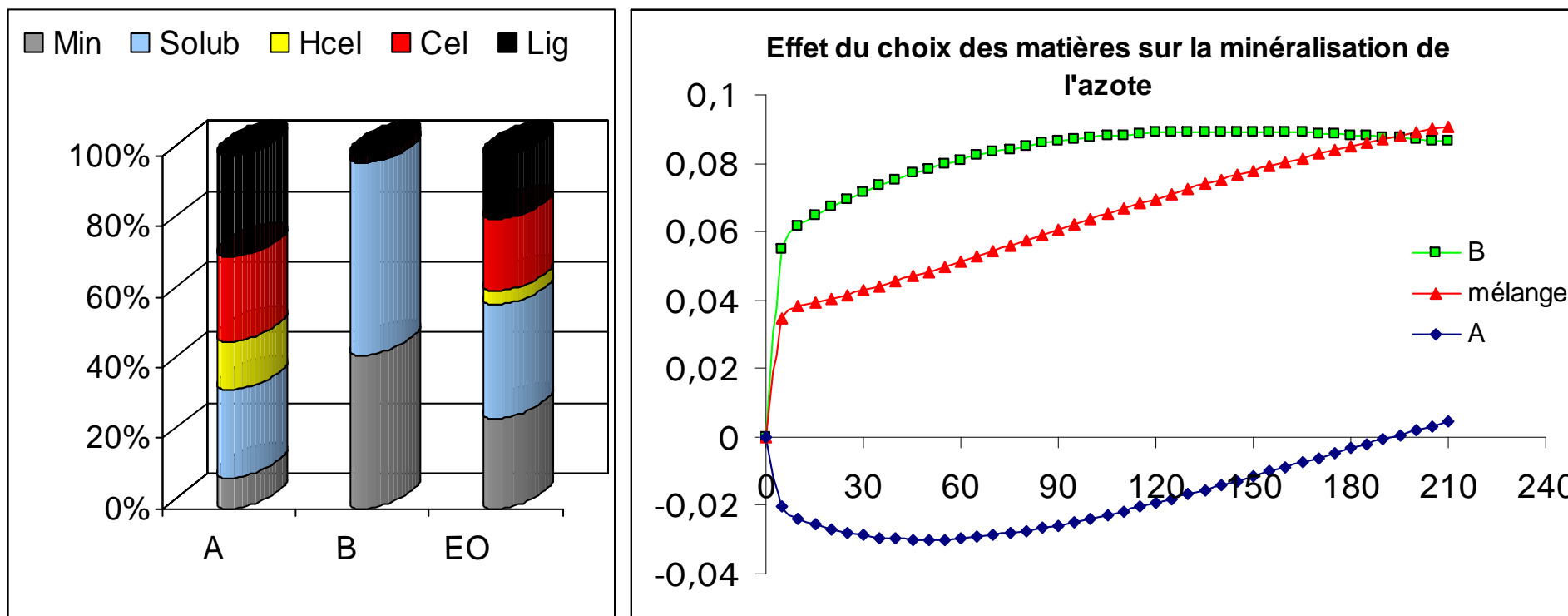
L'azote est utilisé par la biomasse microbienne à son profit et n'est pas disponible pour les cultures.

Un amendement organique élaboré par compostage actif contrôlé (type Végéhumus) n'entraîne pas de risques de faim d'azote.

La stabilisation avec maîtrise du compostage assure une disponibilité progressive des éléments nutritifs (N, P, oligos...) de l'amendement organique.



- Incubation et fractionnement biochimique
cas de l'**élaboration** d'un engrais organique



- combiner** les matières premières
- élaborer** un produit « à la carte » à la dynamique connue *a priori*

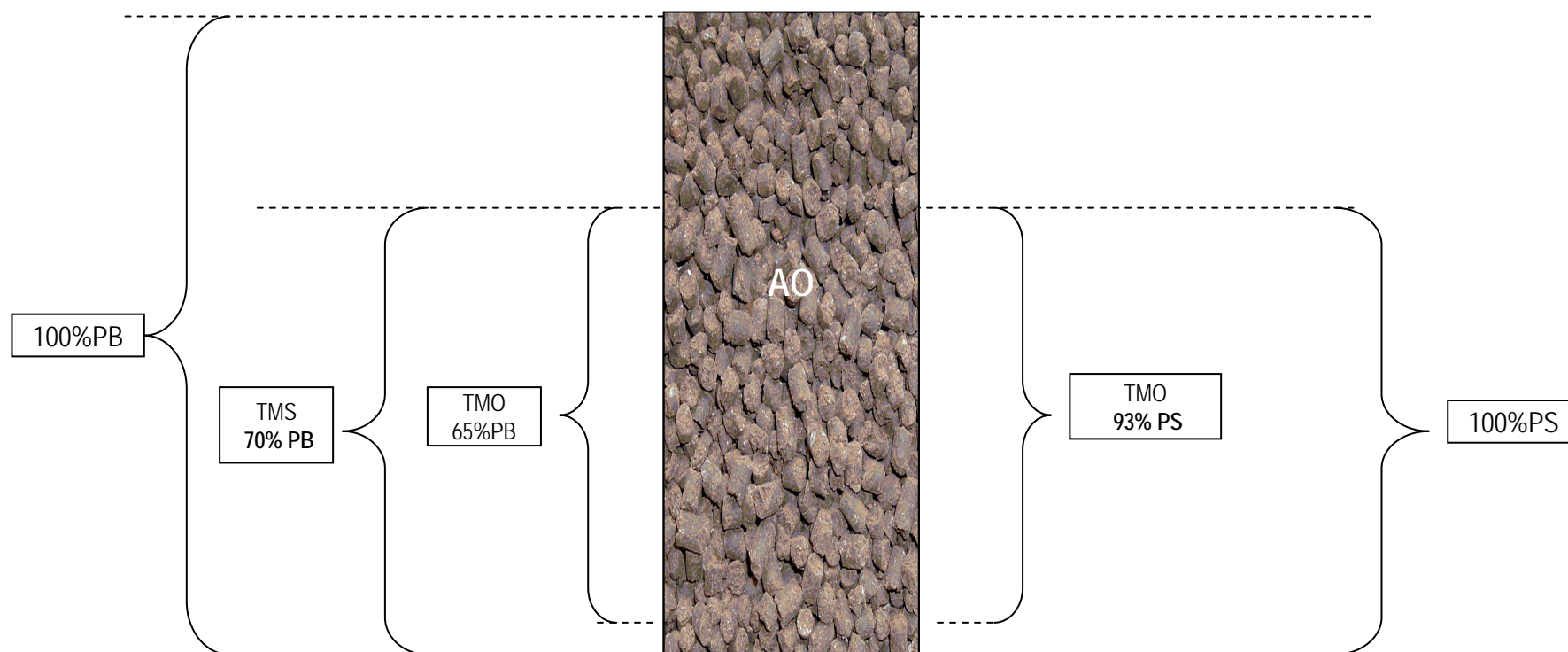


- Teneur en matière active d'un AO = [MO]
Quel mode d'expression pour l'utilisateur?

Le véritable taux de matière organique :
il s'exprime sur **produit brut**, conformément à la norme NFU 44051

Etiquetage conforme:
...MO = 65%PB

Etiquetage non conforme:
...MO = 93%(MS)



RESTONS VIGILANTS :

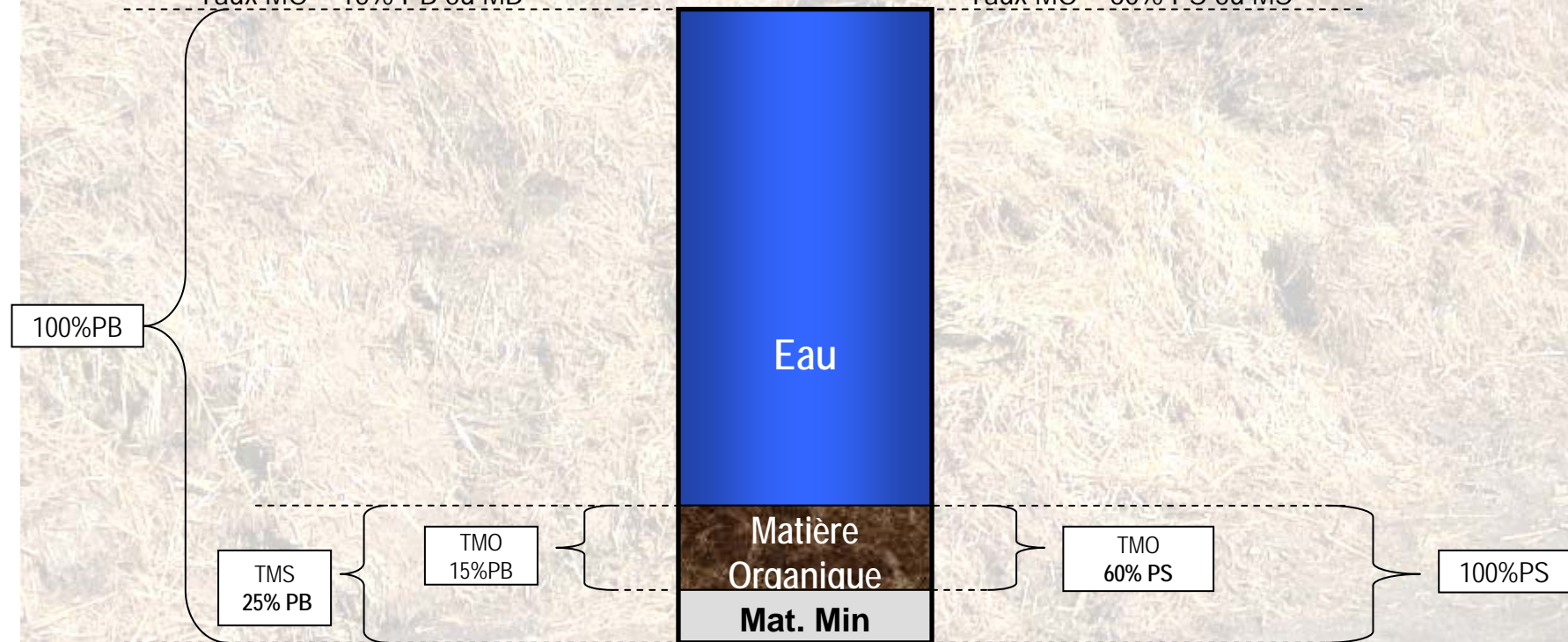
Il est très simple d'augmenter artificiellement le taux de matière organique, en l'exprimant par rapport à la matière sèche.
La seule mention conforme à la norme NFU 44051 est le taux de matière organique exprimé en % de produit brut.



Ex : Fumier de bovin

Etiquetage conforme:
Taux MO = 15% PB ou MB

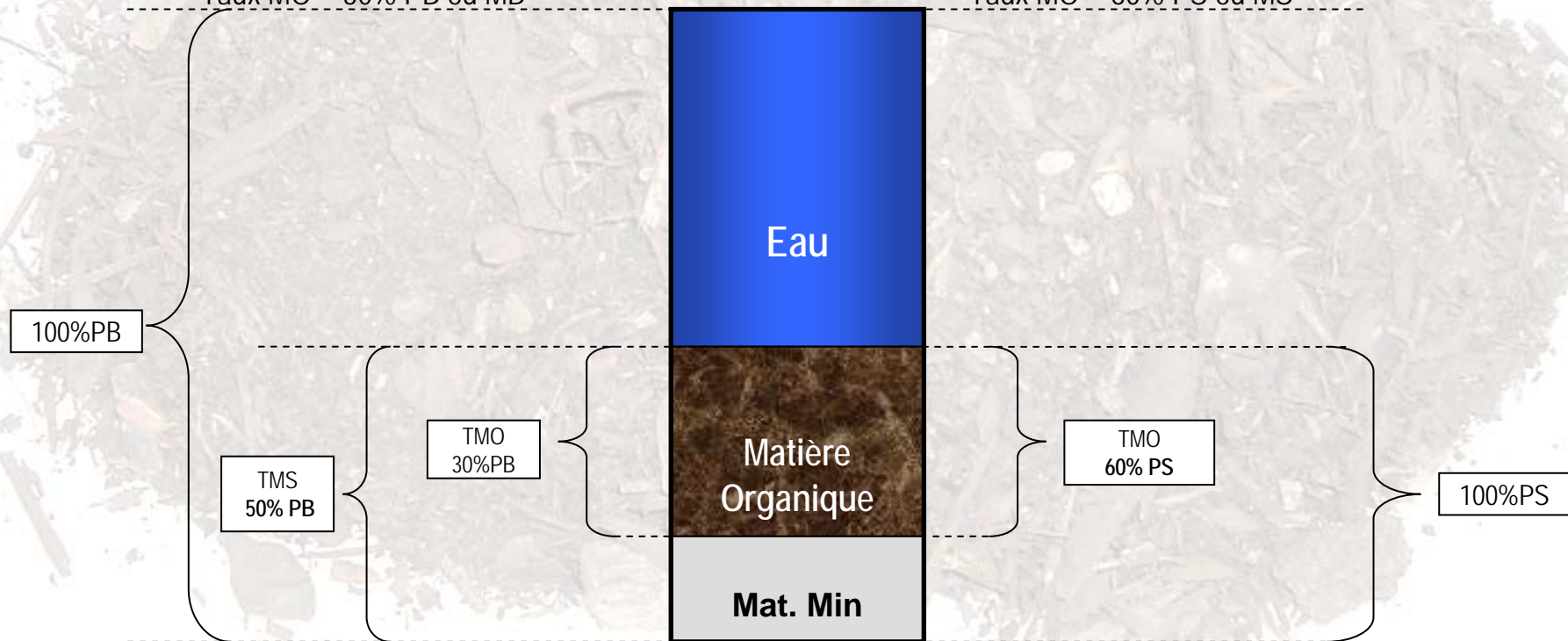
Etiquetage non conforme:
Taux MO = 60% PS ou MS



Ex : Compost de déchets verts

Etiquetage conforme:
Taux MO = 30% PB ou MB

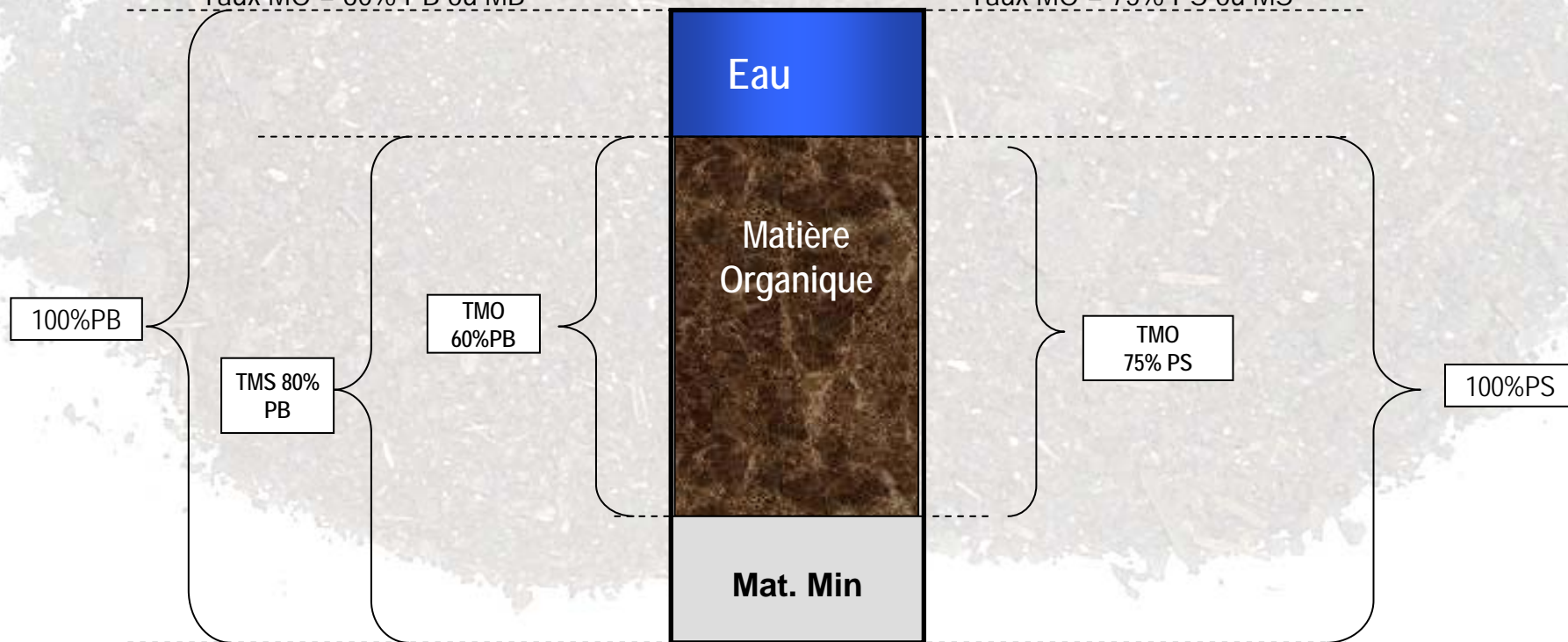
Etiquetage non conforme:
Taux MO = 60% PS ou MS



Ex : VEGETHUMUS

Etiquetage conforme:
Taux MO = 60% PB ou MB

Etiquetage non conforme:
Taux MO = 75% PS ou MS



La SPIR et les fertilisants organiques

Exemples d'utilisation pour le suivi de leur élaboration et la prévision de leur dynamique de transformation dans les sols

Laurent Thuriès

CIRAD « Risque Environnemental Lié au recyclage »,
97408 SAINT DENIS de La Réunion Cedex 9



La SPIR et quelques applications

modélisation TAO (Cf. cours indicateurs)

Etude et modélisation de processus dynamiques nécessitant

- des jeux de données souvent volumineux
- des analyses répétées dans le temps & l'espace



Élaborer une **base de données**

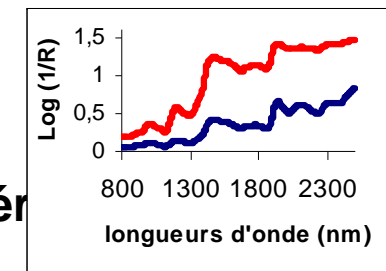
- par des analyses de référence caractéristiques
 - des apports organiques
 - des matières organiques des sols
- au laboratoire, sur le terrain, & données publiées
- pour une capitalisation de données

Quelques exemples

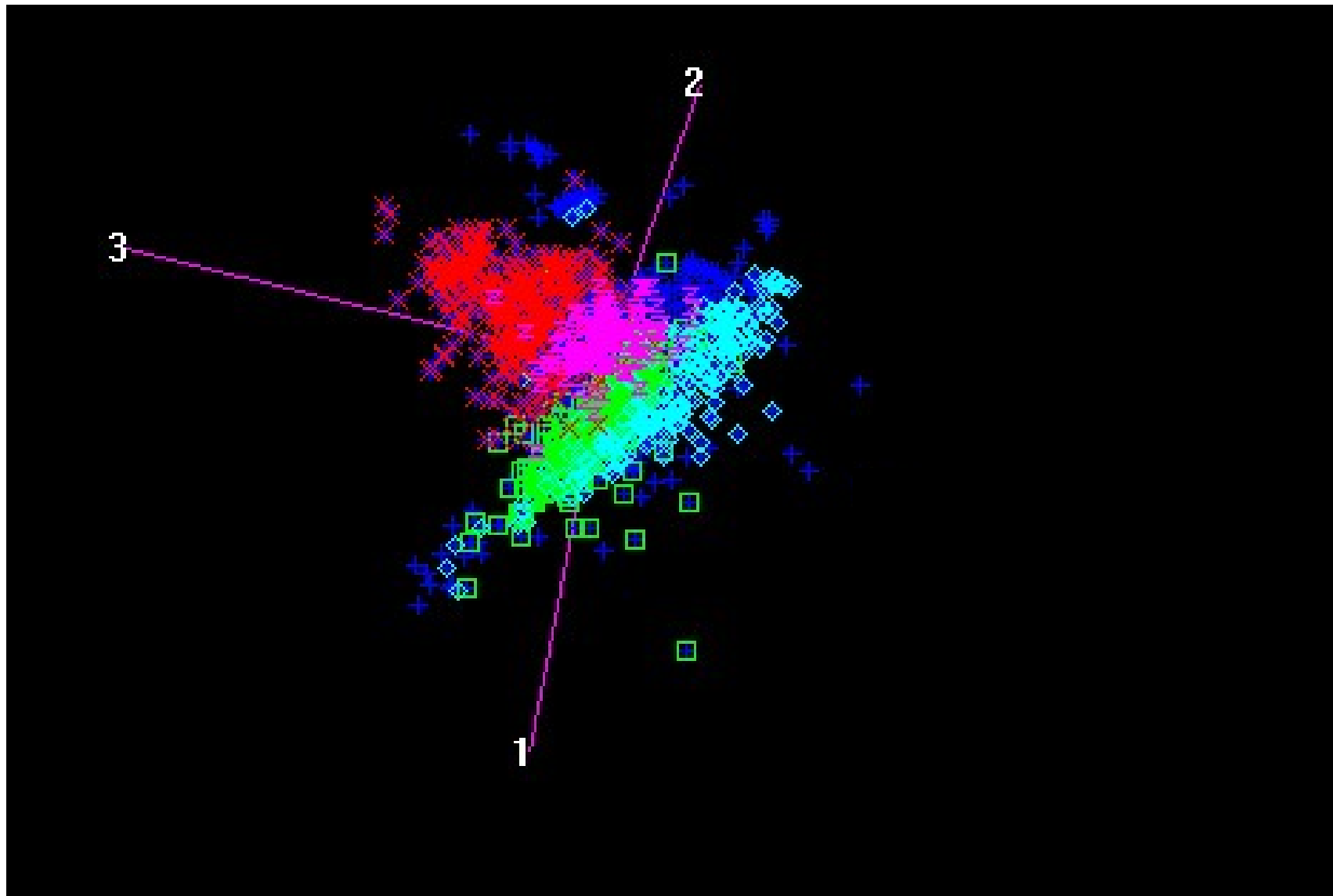
- Un **outil** : (SPIR)
la Spectroscopie Proche Infra-Rouge (**Cf. cours SPIR général**)
- 1) Aide à la maîtrise du compostage
 - 2) Analyses MO, N, lignine
 - 3) Potentiel d'humification des apports organiques (ex. ISB-CBM Tr)
 - 4) Dynamiques de transformation de la MO (TAO)

Cf. [2005-2]

Formation MO L. Thuriès 2009



- nature des produits

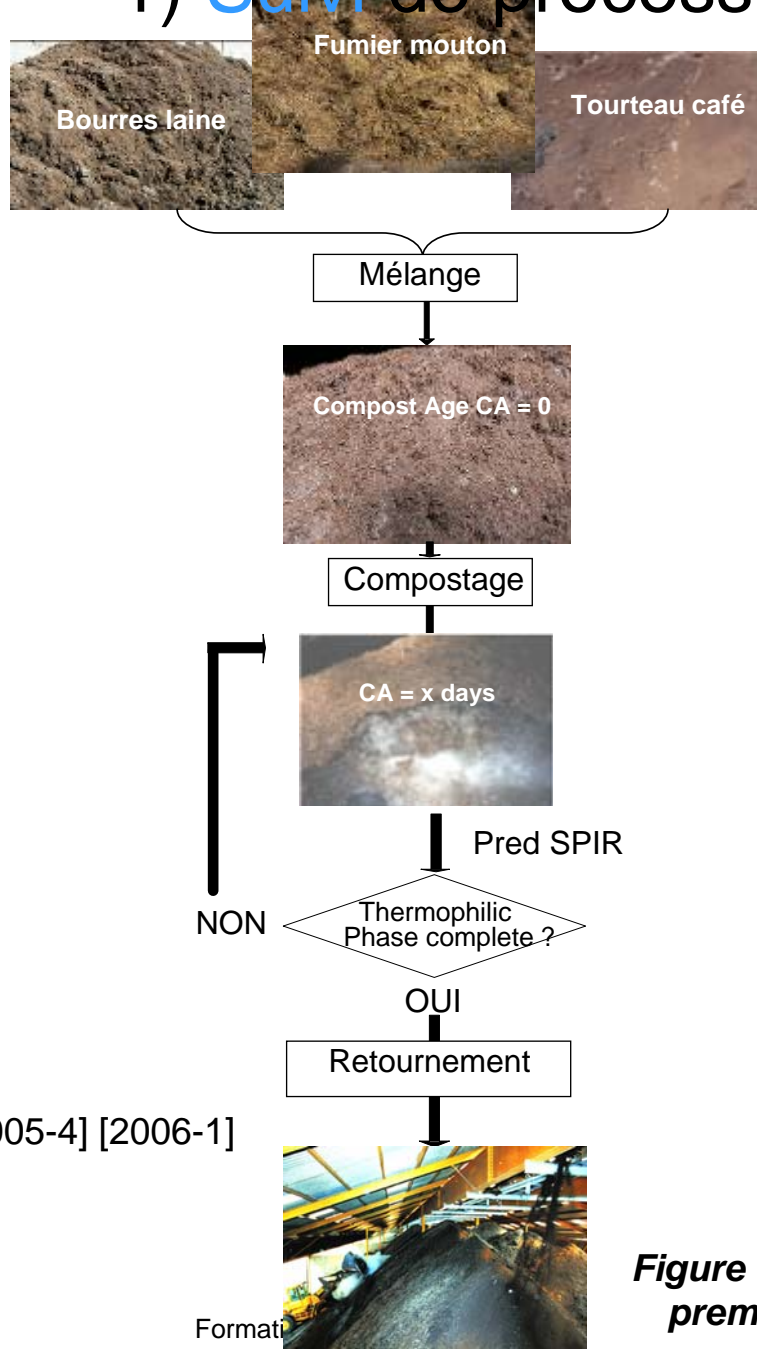


Analyse Comp Princ. données spectrales d'AOrganiques, Tourteaux Végétaux, EOMinéraux et EOM bio

Formation MO L. Thuriès 2009



- 1) **Suivi** de process : le compostage



Cf. [2005-4] [2006-1]

Contexte: composter des MO agro-industrielles pour élaborer des fertilisants organiques de qualité connue (et constante). Pour l'industriel, importance du contrôle qualité durant l'élaboration.

Une étape clé: la phase thermophile.

Objectif: respecter cette phase sans dépassement inutile du temps de compostage.

Explorer la possibilité de prédire par SPIR le **degré de compostage**.

Au démarrage d'une nouvelle fabrication, le mélange initial d'un andain de plus de 2000 tonnes peut nécessiter plusieurs semaines (jusqu'à 12). Aussi, il est intéressant de mieux connaître le degré de compostage d'un andain élémentaire.

Figure 1: Utilisation de prédictions NIR pour gérer les premières phases de l'élaboration des composts



Tableau 1: Performance du modèle de calibrage général

(j)	Population			Statistiques d'étalonnage			
	n	m	SD	SEC	R ²	SECV	RPD
Degré de compostage	83	32.4	23.5	9.35	0.84	9.8	2.4

Degré de compostage (DC) varie bcp (SD, Tableau 4): on considère les bases en cours de compostage provenant de **6 séries différentes** de DC 0 à 103 j.

Une série = un andain unique échantillonné régulièrement pendant la phase thermophile.

Modèle ~OK (R² près de 0.9) mais RPD < 3.

SECV proche de SEC : modèle ~robuste.

Tableau 2: Performance du modèle de calibrage particulier

(j)	Population			Statistiques d'étalonnage			
	n	m	SD	SEC	R ²	SECV	RPD
Degré de compostage	22	50.4	32.6	6.04	0.97	6.96	4.7

Autre stratégie. Modèle MLR (Tableau 5) élaboré sur **une seule série** de 22 échantillons du même andain. SD tjs élevé.

SEC réduit de près d'1/3 par rapport à SEC du modèle général.

R² > 0.95, et SECV < 7 j. RPD >> 3.

SECV proche de SEC : modèle ~robuste.

Formation MO L. Thuriès 2009

Objectif : SECV ~4 j et <



- 2) Teneurs en **lignine, MO, Ntotal**

Tableau 3: Performance des modèles de calibration

(en % MS)	n	population		statistiques		
		moy	ET	ETcal	R ²	ETRes
Lignine	124	28.1	16.0	3.03	0.96	3.51
Matière Organique	317	93.2	3.0	0.78	0.93	0.97
Azote Total (Kjeldahl)	271	2.3	0.5	0.16	0.92	0.18

**Performance
OK**

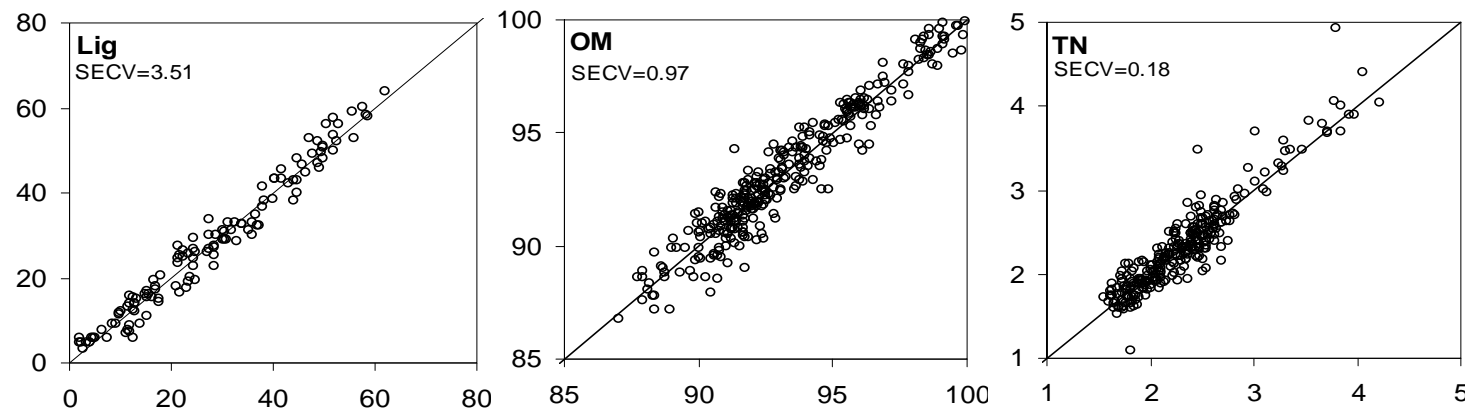
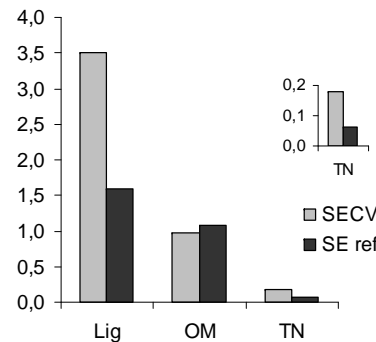


Figure 2: Prédiction des teneurs en lignine (Lig), matière organique (OM) et azote total (TN)

Considérant le coût et le temps nécessaires pour des analyses de ces paramètres par des méthodes de référence, la performance et la précision de l'estimation par SPIR sont très correctes

Cf. [2005-2]

Formation MO L. Thuriès 2009



**Précision
OK**

Figure 3: SE ref, (ET valeurs de référence), et SECV, (ET résiduel, précision).



- 3) **Potentiel** d'humification des apports organiques (CBM Tr), **rapports** Lig/N et C/N

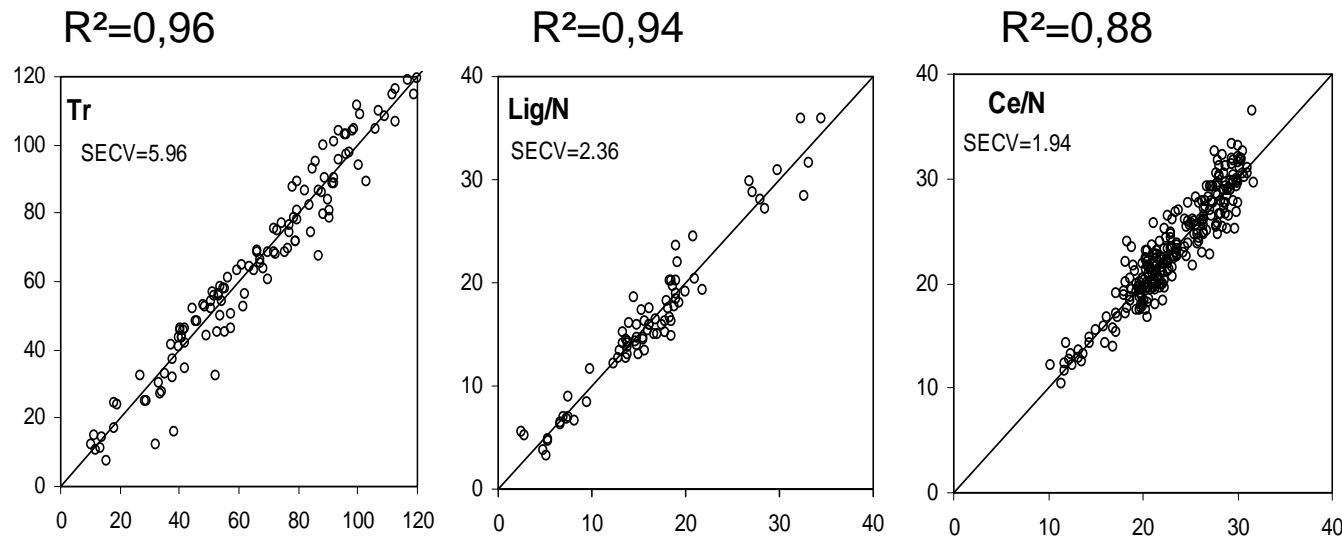


Figure 4: Prédiction des indicateurs de qualité: CBM-Tr, Lignine/N, et C/N estimé (0.5 MO/N)

Performance:

- **OK pour CBM-Tr et Lignine/N**
- **Satisfaisante pour une estimation du rapport C/N**
(caractérisation rapide, marquage dans **NFU 44 051** modifiée)



- 4) **Expression des potentiels**: utilisation concrète de SPIR et TAO pour les dynamiques de transformation C (et N) des AO

Modèle TAO : 1^{er} ordre 3 compartiments,

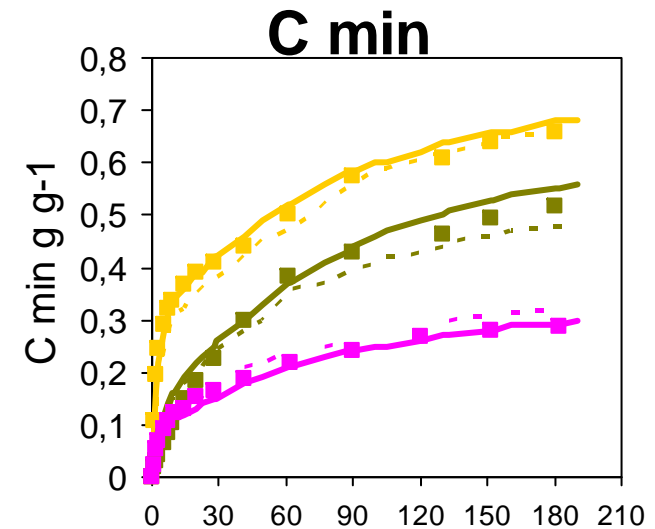
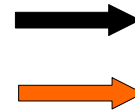
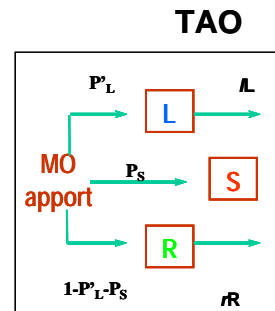
L, labile

R, résistant

S, stable

l cte minéralisation de **L**

r cte minéralisation de **R**



$P_L, P_R, P_S = f^0(\text{NDSoluble, Hémicelluloses, Cellulose, Lignine, MO, Nt})$

mesures de laboratoire ou prédictions par SPIR



Fig 5. : Utilisation du modèle TAO à partir de données mesurées ou prédites par SPIR : ex. des caractéristiques biochimiques

Formation MO L. Thuriès 2009

Cf. [2006-1]



- 4) Expression des potentiels (suite)

Matériaux d'origine végétale issus de l'industrie agro-alimentaire :
pulpes (raisin, olive), tourteaux (café, cacao).

Teneurs en fraction 'soluble au détergent neutre', hémicelluloses, cellulose et lignine, mesurées selon **AFNOR XPU 44-162** (2004), Carbone et Azote Dumas, MO et cendres par calcination.

Les calibrations SPIR ont été élaborées à partir d'un ensemble de 146 échantillons (Thuriès et al., 2005) comprenant les matériaux illustrés ici.

Jeux de données pour TAO-C:

- 1) la composition biochimique **mesurée au laboratoire** des MOA dont les cinétiques ont été mesurées ;
- 2) la moyenne de la composition biochimique **estimée par SPIR** sur un ensemble de MOA de même nature (ex : 40 pulpes d'olives) ne possédant pas de mesure de référence de laboratoire.

Tableau 4: Composition mesurée vs prédite par SPIR

en %MS	NDSol		Hcel		Cel		Lig	
mesure labo								
cacao	53,8		9,3		15,5		12,4	
raisin	29,2		10,5		23,0		30,2	
olive	24,6		13,7		24,1		28,8	
café	24,0		9,7		38,0		25,2	
NIR								
cacao	50,5	5,6 ^{\$}	11,3	2,6	16,0	2,2	14,0	6,0
raisin	29,9	8,9	7,2	2,6	17,2	4,6	37,1	8,0
olive	31,8	5,8	13,4	2,6	19,3	2,8	28,5	6,2
café	25,7	6,6	2,1	7,9	32,5	6,6	24,4	7,6

Bonne relation
mesuré vs estimé SPIR

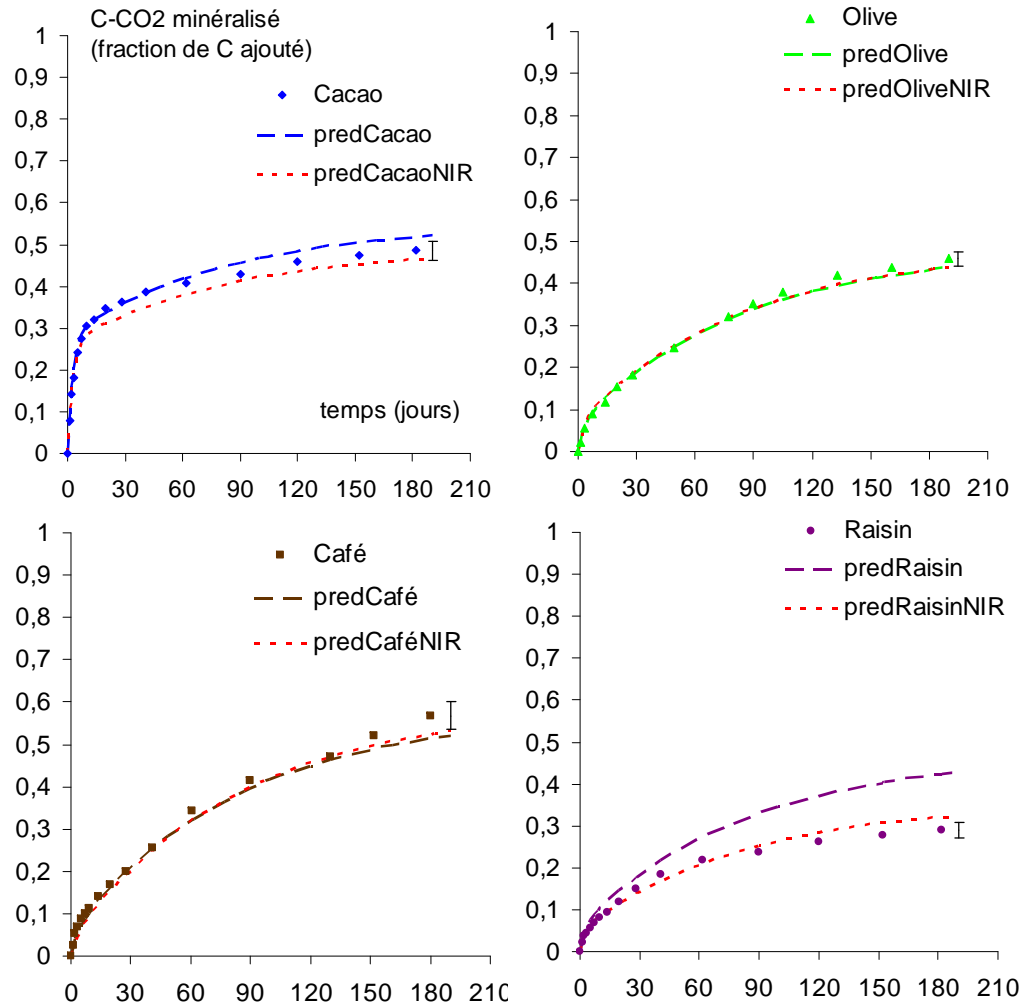
§ écarts-types

Formation MO L. Thuriès 2009

Cf. [2005-2] [2006-1]



- 4) Expression des potentiels (suite)



En toute logique, les cinétiques de minéralisation du C des apports illustrées dans cette étude sont bien simulées par TAO-C à partir des caractéristiques biochimiques **mesurées** au laboratoire, puisqu'elles étaient comprises dans l'ensemble des apports utilisés initialement (Thuriès et al., 2001) pour paramétrer le modèle.

Il est intéressant de remarquer que les cinétiques de minéralisation du C sont également très bien simulées par TAO-C à partir de caractéristiques biochimiques **prédites par SPIR**. La qualité de ces simulations égale (cas des Cacao, Olive, Café) ou semble même dépasser (Raisin) celle des simulations obtenues à partir des caractéristiques mesurées.

Figure 6: Prédictions par TAO-C de la fraction de C minéralisé; variables d'entrée mesurées ou prédites par SPIR (barres = intervalles de confiance)

Cf. [2001-1] [2006-1]

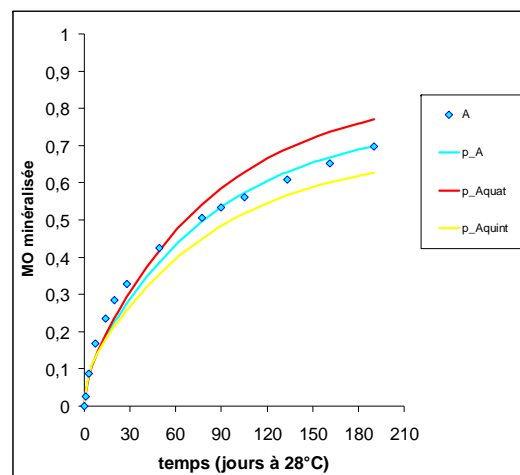
Formation MO L. Thuriès 2009



Utilisations de SPIR pour les fertilisants organiques

pour aider à la maîtrise des procédés de fabrication

prédire les potentiels d'humification, et les dynamiques de la MO



Production ajustement
offre-demande

dynamiques de
transformation de la MO
(TAO)

calcul du potentiel humus =
 $f^{\circ}(\text{lignine} \dots)$

suivi élaboration (âge)

Cf. [2005-4]



Repères

- [2000-1] Thuriès L., Larré-Larrouy M.-C., Pansu M. (2000) 'Evaluation of three incubation designs for mineralization kinetics of organic materials in soil.' *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 31 (3-4), 289-304.
- [2001-1] Thuriès L., Pansu M., Feller C., Herrmann P., Rémy J-C. (2001) 'Kinetics of added organic matter decomposition in a Mediterranean sandy soil' *Soil Biology and Biochemistry*, 33, 997-1010.
- [2002-1] Thuriès L., Pansu M., Larré-Larrouy M.-C., Feller C. (2002) 'Biochemical composition and mineralization kinetics of organic inputs in a sandy soil' *Soil Biology and Biochemistry*, 34, 239-250.
- [2003-1] Pansu M., Thuriès L. (2003) 'Kinetics of C and N mineralization, N immobilization and N volatilization of organic inputs in soil' *Soil Biology and Biochemistry*, 35, 37-48.
- [2003-2] Pansu M., Thuriès L., Larré-Larrouy M.-C., Bottner P. (2003) 'Predicting N transformations from organic inputs in soil in relation to incubation time and biochemical composition' *Soil Biology and Biochemistry*, 35, 353-363.
- [2005-1] Thuriès L., Bastianelli D., Davrieux F., L. Bonnal, R. Oliver, Pansu M., Feller C. (2005) 'Prediction by NIRS of the composition of plant raw materials from the organic fertiliser industry and of crop residues from tropical agrosystems.' *Journal of Near Infrared Spectroscopy*, 13, 187-199.
- [2005-2] Thuriès L., Bastianelli D., Davrieux F., Bonnal L., Oliver R., (2005). 'Prediction by NIRS of the biochemical composition of various raw materials used in the organic fertiliser industry. Poster communication 12th International Conference on Near Infrared Spectroscopy, Sky City Auckland, New Zealand, 10-15 Avril 2005
- [2005-3] Thuriès L., Davrieux F., Bastianelli D., Bonnal L., Oliver R., (2005). 'NIRS for predicting quality indexes in the organic fertiliser industry.' Poster communication 12th International Conference on Near Infrared Spectroscopy, Sky City Auckland, New Zealand, 10-15 Avril 2005
- [2005-4] Thuriès L., Bonnal L., Davrieux F., Bastianelli D., (2005). 'Possible use of NIRS for the management of composting process.' Poster communication 12th International Conference on Near Infrared Spectroscopy, Sky City Auckland, New Zealand, 10-15 Avril 2005
- [2006-1] Thuriès L., Oliver R., Davrieux F., Bastianelli D., Pansu M. (2006) 'Transformations des apports organiques : application du modèle TAO à des matières de l'agro-industrie à partir de leur analyse biochimique mesurée ou estimée par Spectrométrie Proche Infra-Rouge (SPIR).' *Séminaire Réseau Matière Organique IHSS*, Carquairanne (France), 22-24 Janvier.



MERCI